



Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Universidad del Perú. Decana de América

Dirección General de Estudios de Posgrado

Facultad de Ciencias Físicas

Unidad de Posgrado

**Preparación y caracterización de micro esferas huecas
de hematita por el método sol gel**

TESIS

Para optar el Grado Académico de Magíster en Física con
mención en Física del Estado Sólido

AUTOR

Silvia Marisel ESPINOZA SUÁREZ

ASESOR

Ángel Guillermo BUSTAMANTE DOMÍNGUEZ

Lima, Perú

2017



Reconocimiento - No Comercial - Compartir Igual - Sin restricciones adicionales

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Usted puede distribuir, remezclar, retocar, y crear a partir del documento original de modo no comercial, siempre y cuando se dé crédito al autor del documento y se licencien las nuevas creaciones bajo las mismas condiciones. No se permite aplicar términos legales o medidas tecnológicas que restrinjan legalmente a otros a hacer cualquier cosa que permita esta licencia.

Referencia bibliográfica

Espinoza, S. (2017). *Preparación y caracterización de micro esferas huecas de hematita por el método sol gel*. [Tesis de maestría, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Unidad de Posgrado]. Repositorio institucional Cybertesis UNMSM.



UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS
(Universidad del Perú, Decana de América)
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS
Vicedecanato de Investigación y Posgrado

UNIDAD DE POSGRADO

ACTA DE SUSTENTACION DE TESIS PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE
MAGÍSTER EN FÍSICA CON MENCIÓN EN FÍSICA DEL ESTADO SÓLIDO

A los cuatro días del mes de enero del año dos mil diecisiete, siendo las once de la mañana, se reunió el Jurado Examinador, en el auditorio 304 de la Unidad de Posgrado de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, presidido por el señor Dr. Chachi Rojas Ayala como presidente, y con la asistencia de los siguientes miembros del Jurado Examinador:

Dr. Chachi Rojas Ayala	(Presidente)
Dr. Felipe Américo Reyes Navarro	(Miembro integrante)
Dra. María Quintana Cáceda	(Miembro integrante)
Dr. Juan Carlos González González	(Miembro integrante)
Dr. Luis De Los Santos Valladares	(Suplente)
Dr. Ángel Guillermo Bustamante Domínguez	(Asesor)

Para la sustentación oral y pública del trabajo de Tesis para optar el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido, de la bachiller **Silvia Marisel Espinoza Suárez** con código N° 03137001.

Después de darse lectura al expediente de Grado en el que consta haberse cumplido con todas las disposiciones reglamentarias, los señores Miembros del Jurado Examinador, atendieron a la exposición de la Tesis titulada:

"Preparación y Caracterización de micro esferas huecas de hematita por el método sol gel"

Y formuladas las preguntas, éstas fueron absueltas por el graduando.

Acto seguido, en privado, el Jurado Examinador procedió a la calificación. El Presidente determinó el promedio de la calificación, obteniendo como resultado de:

Diecisiete (17) muy bueno

A continuación el Presidente del Jurado Examinador recomienda que la Facultad de Ciencias Físicas proponga que se le otorgue el Grado Académico de Magíster en Física con mención en Física del Estado Sólido, a la bachiller **Silvia Marisel Espinoza Suárez**.

Siendo las trece horas con dos minutos, se levantó la sesión; recibiendo el graduando las felicitaciones de los señores Miembros del Jurado Examinador y público asistente.

Los Miembros del Jurado Examinador suscriben el Acta de sustentación de tesis en Lima, a los cuatro días del mes de enero del año dos mil diecisiete.

RESUMEN

Este trabajo reporta **la formación de microesferas huecas de α -Fe₂O₃ (hematita)**, mediante el método de burbujeo. Técnica que es sencilla, porque no demanda plantillas, surfactantes, condiciones especiales de presión o pasos complejos.

Para concretar ese propósito, lo primero que realizamos fue comprobar la generación de esferas huecas cristalizadas de hematita hueca, para ello, se reaccionaron nitrato férrico nanohidratado y ácido cítrico en agua con el método sol-gel. Luego, esta mezcla se sometió a un horno tubular en atmósfera de aire a temperaturas entre 180 y 600°C. Se reporta burbujeo entre 550 y 600° C -después de producida la condensación.

La morfología y evolución de cristal, fue sometida a estudio mediante difracción de rayos-X, microscopio electrónico de barrido, espectroscopía Mössbauer, termogravimetría y dispersión a pequeño ángulo (SAXS).

La muestra consistió en una mixtura de magnetita, maghemita y hematita. Se calentó entre 250-400°C. En ella observamos que la fase cristalizada de hematita se formó adoptando la forma de microesferas huecas; las mismas que se obtuvieron, luego de su cocimiento entre 500 y 600°C.

De ese modo, se demostró que la cristalización y la medida de las esferas de hematita se incrementan con la temperatura. Las medidas magnéticas registradas, sugieren claramente la transición de Morin en las esferas huecas. Además, se presenta un modelo para la formación de las microesferas huecas de hematita sin plantillas duras.

Palabras claves: Microesferas huecas, hematita, cristalización, oxidación, óxido de hierro, transición de Morín.

ABSTRACT

This work reports the formation of hollow microspheres of α -Fe₂O₃ (hematite) using the boiling bubbles method. This technique is simple because it does not require templates, surfactants, special conditions of pressure or complex steps.

To accomplish this purpose, the first thing we did was to verify the generation of the crystals of the hollow hematite. For this, ferric nitrate nanohydrate and citric acid were reacted in water with the sol-gel method. This mixture was then subjected to a tubular oven under an air atmosphere at temperatures between 180 and 600 °C. Bubbling is observed between 550 and 600 °C and after the occurrence of condensation.

The crystal morphology and evolution was studied by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, Mössbauer spectroscopy, thermogravimetry and small-angle scattering (SAXS).

The sample consisted of a mixture of magnetite, maghemite and hematite. It was heated at temperatures between 250-400 °C. We observed that the crystallized phase of hematite was formed taking the form of hollow microspheres. The same hollow spheres were obtained after their baking between 500 and 600°C.

In this way, it was shown that the crystallization and measurement of the hematite spheres increases with temperature. The recorded magnetic measurements, clearly suggest the Morin transition in the hollow spheres. In addition, we present a model for the formation of the hollow microspheres of hematite without hard templates.

Key words: Hollow microspheres, hematite, crystallization, oxidation, iron oxide, Morin transition.